

?fam jp58185693/pn

1/1 PLUSPAT - (C) QUESTEL-ORBIT

PN - JP2242896 A 19900927 [JP02242896]
JP3069960 B 19911105 [JP91069960]
JP2027036 C 19960226 [JP2027036]
JP58185693 A 19831029 [JP58185693]

no translation

TI - (A) DIUREA GREASE AND ITS PREPARATION

PA - (A) KOYO SEIKO CO; NIHON GURIISU KK

PA0 - (A) KOYO SEIKO CO LTD; NIPPON GURIISU KK

IN - (A) YASUI KEIGOU; YOSHIDA MITSUO; KOMIYA HIROSHI; OGUCHI TOSHITAROU;
TOYODA MASAACKI

AP - 1982JP-0069141 19820423; 1990JP-0020031 19900129

PR - 1982JP-0069141 19820423; 1990JP-0020031 19900129

IC - (A) C10M-005/20 C10M-005/22

AB - (JP58185693)

PURPOSE: To prepare a low-noise grease which can be used for long hours at high temperature, by adding a specified compd. in the production of diurea grease.

- CONSTITUTION: In the production of diurea grease in which an amine compd. (e.g. stearylamine) is dissolved in a lubricating oil (pref. having a viscosity of 2- 20cSt at 100 deg.C) and an isocyanate compd. (e.g. 4,4-diphenylmethane diisocyanate) is added to it for reaction, followed by heating of the reaction product, the reaction is carried out and/or the heating of the reaction product is performed in the presence of one or more compd. selected from among alkenylsuccinimide (with a molecular weight of 100-2,000), metal salt of alkylbenzenesulfonic acid [alkali (alkaline earth) metal salt, having a molecular weight of 250-550 in terms of acid] and metal salt of petroleum sulfonic acid [alkali (alkaline earth) metal having a molecular weight of 250-550 in terms of acid].
- COPYRIGHT: (C)1983,JPO&Japio

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 58-185693

(43)Date of publication of application : 29.10.1983

(51)Int.Cl.

C10M 5/20

C10M 5/22

(21)Application number : 57-069141

(71)Applicant : KOYO SEIKO CO LTD
NIPPON GURUISU KK

(22)Date of filing : 23.04.1982

(72)Inventor : YASUI KEIGO
YOSHIDA MITSUO
KOMIYA HIROSHI
OGUCHI TOSHITARO
TOYODA MASAACKI

(54) DIUREA GREASE AND ITS PREPARATION

(57)Abstract:

PURPOSE: To prepare a low-noise grease which can be used for long hours at high temperature, by adding a specified compd. in the production of diurea grease.

CONSTITUTION: In the production of diurea grease in which an amine compd. (e.g. stearylamine) is dissolved in a lubricating oil (pref. having a viscosity of 2W 20cSt at 100°C) and an isocyanate compd. (e.g. 4,4-diphenylmethane diisocyanate) is added to it for reaction, followed by heating of the reaction product, the reaction is carried out and/or the heating of the reaction product is performed in the presence of one or more compd. selected from among alkenylsuccinimide (with a molecular weight of 100W2,000), metal salt of alkylbenzenesulfonic acid [alkali (alkaline earth) metal salt, having a molecular weight of 250W550 in terms of acid] and metal salt of petroleum sulfonic acid [alkali (alkaline earth) metal having a molecular weight of 250W550 in terms of acid].

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—185693

⑤ Int. Cl.³
C 10 M 5/20
5/22

識別記号

庁内整理番号
2115—4H
2115—4H

⑬ 公開 昭和58年(1983)10月29日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ ジウレア系グリース及びその製造法

① 特 願 昭57—69141

② 出 願 昭57(1982)4月23日

⑦ 発 明 者 安井啓剛
大阪市南区鰻谷西之町2番地光
洋精工株式会社内

⑦ 発 明 者 吉田光男
大阪市南区鰻谷西之町2番地光
洋精工株式会社内

⑦ 発 明 者 小宮広志
大阪市南区鰻谷西之町2番地光

洋精工株式会社内

⑦ 発 明 者 小口敏太郎
西宮市中島町4—11—202

⑦ 発 明 者 豊田雅朗
神戸市垂水区伊川谷町有瀬1157
番地3—302号

⑦ 出 願 人 光洋精工株式会社
大阪市南区鰻谷西之町2番地

⑦ 出 願 人 日本グリース株式会社
大阪市北区茶屋町18番21号豊崎
ビル

⑭ 代 理 人 弁理士 三枝英二 外2名

明 細 書

発明の名称 ジウレア系グリース及びその製造法
特許請求の範囲

① ジウレア系グリースにアルケニルこはく酸イミド、アルキルベンゼンスルホン酸金属塩及び石油スルホン酸金属塩の1種又は2種以上を含有せしめて成る改良されたジウレア系グリース。

② アミン系化合物を潤滑油に溶解し、これにイソシアネート系化合物を必要に応じ更に潤滑油と共に添加してアミン系化合物とイソシアネート化合物とを反応せしめ、次いで該反応生成物を加熱してジウレア系グリースを製造するに際し、アルケニルこはく酸イミド、アルキルベンゼンスルホン酸金属塩及び石油スルホン酸金属塩の1種又は2種以上を、アミン系化合物とイソシアネート化合物との反応時及び上記反応生成物の加熱時の少くともいずれかの時に共存せしめることを特徴とするジウレア系グリースの

製造法。

発明の詳細な説明

本発明はジウレア系グリース及びその製法に関し、更に詳しくは低騒音性の優れたジウレア系グリース及びその製法に関する。

たとえば密封型玉軸受用グリースの如くグリースのなかには低騒音性が強く要求されるものがある。かかる低騒音性グリースとしてはリチウム基グリースが最も広く使用されているが、このものは高温で長期間使用すると騒音を発生し易くなる。一方高温用グリースも開発され、該高温用グリースの増潤剤として各種のものも知られておりそのうちの一つにジウレア系化合物がある。

この高温用グリースは高温でたとえば120℃以上の高温で長期間使用出来るが、音響特性が悪く低騒音性が要求される所には殆んど使用することは出来ない。

本発明者は従来から高温域中120℃以上の高

温度で長期間使用出来ると共に低騒音性の優れたグリースを開発すべく研究を続けて来た結果、ジウレア系化合物を増潤剤として使用した従来の高価用グリースにある特定の化合物を含有せしめるときは所期の目的を達成出来ることを見出し、茲に本発明を完成するに至つた。即ち本発明は、ジウレア系グリースにアルケニルこはく酸イミド、アルキルベンゼンスルホン酸金属塩及び石油スルホン酸金属塩の1種又は2種以上を含有せしめて成る改良されたジウレア系グリース及びアミン系化合物を潤滑油に溶解し、これにイソシアネート系化合物を必要に応じ更に潤滑油と共に添加してアミン系化合物とイソシアネート化合物とを反応せしめ、次いで該反応生成物を加熱してジウレア系グリースを製造するに際し、アルケニルこはく酸イミド、アルキルベンゼンスルホン酸金属塩及び石油スルホン酸金属塩の1種又は2種以上を、アミン系化合物とイソシアネート化合物との反応

時及び上記反応生成物の加熱時の少くともいずれかの時に共存せしめることを特徴とするジウレア系グリースの製造法に係るものである。

本発明に於いてはアルケニルこはく酸イミド、アルキルベンゼンスルホン酸金属塩及び石油スルホン酸金属塩の少くとも1種をジウレア系グリースに配合するときには、優れた低騒音性を発揮ししかも120℃以上の高温で長期間使用しても殆んど該低騒音性は低下しない。添加されるこれ等化合物がグリース中にジウレア系グリースの騒音を減少させる目的でもつて使用されたことは全くない。

本発明に於いて使用されるアルケニルこはく酸イミドは、分子量1000-2000好ましくは1200-1500程度である。アルキルベンゼンスルホン酸金属塩のアルキルベンゼンスルホン酸としては分子量250-550好ましくは350-450であり、金属塩としてはナトリウ

ム、カリウム等のアルカリ金属、バリウム、カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属等を具体例として例示出来、また石油スルホン酸金属塩としても分子量250-550就中好ましくは350-450の石油スルホン酸のアルカリ金属またはアルカリ土類金属塩等が例示出来る。これ等化合物は単独でまたは2種以上混合して使用出来、通常基材たる増潤剤100重量部に対し0.5-30重量部好ましくは5-15重量部程度配合される。

本発明に於いてこれ等化合物を配合すべきジウレア系グリースとしては従来公知のものがいづれも広い範囲で使用出来る。更に詳しくはジウレア系化合物を生成させるべきジイソシアネート並びにモノアミンとしても従来から使用されて来たものがそのまゝ有効に使用出来、たとえばジイソシアネートとしては4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、2,4'-トルイレンジイソシアネート、

フェニレンジイソシアネート等を、モノアミンとしてはステアリルアミン、オレイルアミン等の如き脂肪族アミンまたはシクロヘキシルアミン等の芳香族アミンを例示出来る。基材となる潤滑油も従来から使用されて来たものが使用出来、たとえば合成油ばかりでなく鉱油系のもも使用出来、その粘度としては100℃で2-20cP程度のもものが好ましい。これ等ジウレア系化合物の潤滑油に対する配合割合も従来と同じで良く、通常潤滑油100重量部に対し0.5-30重量部好ましくは10-15重量部程度である。

本発明に於いて原料として使用するジウレア系グリースの製法自体は特に重要ではなく、その製法により何等限定されるものではないが、代表的な製法を挙げると次の様である。即ち、先ずアミン系化合物を潤滑油に溶解しこれにイソシアネート系化合物を好ましくは潤滑油と予め混合して攪拌下に添加して両者を反応せしめ、次いで加熱通

常150℃前後に加熱する。

本発明に於いて石油スルホン酸塩等の前記各種化合物は上記製造方法に於いて反応時または(および)上記反応生成物の加熱時に共存する様に添加される。最も好ましい態様はアミン系化合物と同時に潤滑油中に混合しておく態様である。

以下に実施例を挙げて本発明を説明する。

実施例 1

| | |
|-----------------------|--------|
| 潤滑油(100℃粘度12.9 cSt) | 82.3 g |
| ステアリルアミン | 9.1 g |
| オレイルアミン | 3.0 g |
| 4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート | 5.6 g |
| カルシウムスルフォネート | 1.9 g |
| 酸化防止剤 | 1.0 g |

潤滑油41.1g中にステアリルアミン9.1g、オレイルアミン3.0g、カルシウムスルフォネート1.9gを混合し、100℃に加熱攪拌し溶解する。別に潤滑油41.2g中に4,4'-ジフェニルメ

タンジイソシアネート5.6gを混合し、100℃に加熱し攪拌溶解する。これをアミン溶液中に徐々に加えジウレア化合物を潤滑油中に均一に分散させる。後攪拌しながら150℃迄加熱し15-40分間保持し、室温まで冷却攪拌を行ない酸化防止剤1.0gを加えた後三段ロールを用い処理し、所期の目的のグリースをうる。

実施例 2

| | |
|-----------------------|--------|
| 潤滑油(100℃粘度12.7 cSt) | 82.3 g |
| ステアリルアミン | 9.1 g |
| オレイルアミン | 3.0 g |
| 4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート | 5.6 g |
| バリウムスルフォネート | 1.9 g |
| 酸化防止剤 | 1.0 g |

製法は実施例1のカルシウムスルフォネートをバリウムスルフォネートに代えた以外は実施例1と同じである。

実施例 3

| | |
|-----------------------|--------|
| 潤滑油 | 82.3 g |
| ステアリルアミン | 9.1 g |
| オレイルアミン | 3.0 g |
| 4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート | 5.6 g |
| イロア1200 | 2.5 g |
| 酸化防止剤 | 1.0 g |

製法は実施例1のカルシウムスルフォネートをイロア1200に代えた以外は実施例1と同じである。

実施例 4

| | |
|---|-------|
| 潤滑油 | 9.0 g |
| シクロヘキシルアミン | 4.4 g |
| 4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート | 5.6 g |
| カルシウムスルフォネート | 1.9 g |
| 酸化防止剤 | 1.0 g |
| 潤滑油45.0gにシクロヘキシルアミン5.6g、カルシウムスルフォネート1.9gを混合し、100℃に加熱攪拌し溶解する。別に4,4'-ジフェニルメ | |

タンジイソシアネート5.6gを潤滑油45.0gに混合し、100℃に溶解する。これをアミン溶液中に徐々に加えジウレア化合物を潤滑油中に均一に分散する。その後の製法は実施例1と同じである。

比較例 1

| | |
|-----------------------|--------|
| 潤滑油(100℃粘度12.9 cSt) | 82.3 g |
| ステアリルアミン | 9.1 g |
| オレイルアミン | 3.0 g |
| 4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート | 5.6 g |
| 酸化防止剤 | 1.0 g |

製法は実施例1よりカルシウムスルフォネートを除いた以外は同じである。

比較例 2

| | |
|-----------------------|--------|
| 潤滑油(100℃粘度8.0 cSt) | 90.0 g |
| シクロヘキシルアミン | 4.4 g |
| 4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート | 5.6 g |
| 酸化防止剤 | 1.0 g |

製法は実施例4よりカルシウムスルフオネートを除いた以外は同じである。

比較例 3

比較例1のグリース 100g

カルシウムスルフオネート 1.0g

製法は比較例1のグリース100gに室温でカルシウムスルフオネート1.9gを混合したもの。

以上の製法によつて得られたグリースを密封型玉軸受に封入し、その音圧レベルを市販品グリースと比較した結果を以下に述べる。第1図は密封型玉軸受(62.02ZZ)に本発明グリース、比較例グリースおよび市販グリースを封入し、小型電動機に組込み120℃の雰囲気中で回転させたときの音圧レベルの経時変化を示している。横軸に回転時間を取り、縦軸に音圧レベルを取っている。図より明らかなように実施例グリースは初期音圧レベルが低く1000時間回転後でも音圧レベルは余り高くない。それに反し、比較例グ

リースは初期音圧レベルが高く、低騒音を要求される所には使用できない。さらに市販ジウレアグリースは初期音圧レベルが高いのみならず800時間程度より急激に上昇する。市販リチウムグリースは初期音圧レベルは低いが、200時間位より急激に上昇する欠点がある。更に第2図は密封型玉軸受(62.022RV)に上記各グリースを封入し、室温で1800rpmで運転したときの初期振動値を示す。図は横軸にグリースの種類、縦軸に振動値を取り、振動値を棒グラフで示している。

第1図及び第2図から明らかなように、本発明グリースは他グリースと比較し、音圧レベルも低く、且つ長期間使用しても音圧レベルは他グリースより極めて優れている。又初期振動値も低く、市販ジウレアグリースよりも低い。従つて本発明グリースは従来のグリースと比較して音響特性が極めて良好なことは明らかである。

尚第1図並びに第2図中Aは実施例1、Bは比較例1、Cは市販ジウレアグリース、Dは市販リチウムグリース、Eは市販ベントングリースを夫々示す。

図面の簡単な説明

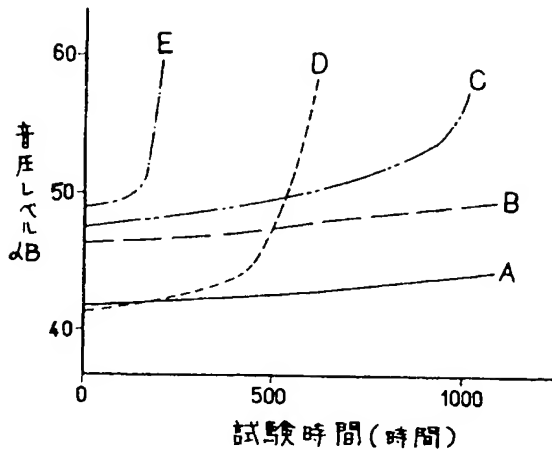
第1図は各種グリースの音圧レベルと時間との関係を示すグラフであり、第2図は各種グリースの振動値との関係を示すグラフである。

(以上)

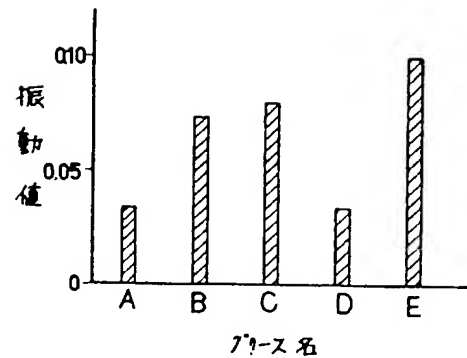
代理人 弁理士 三 枝 英 二



第 1 図



第 2 図



手 続 補 正 書 (自発)

昭和58年7月21日

特許庁長官 岩 杉 和 夫 殿

1. 事件の表示

昭和57年特許願第69141号

2. 発明の名称

ジウレア系グリース及びその製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

光洋精工株式会社

(ほか1名)

4. 代理人

大阪市東区平野町2の10 平野ビル内 電話06-203-0941(代)

(6521) 井 理 士 三 枝 英 二

5. 補正命令の日付

自 発

6. 補正により増加する発明の数

な し

7. 補正の対象 明細書中「発明の詳細な説明」の項

8. 補正の内容

別紙添附の通り

方式
審査

補 正 の 内 容

1 明細書の記載を下記正誤表の通り訂正する。

| 頁 | 行 | 誤 | 正 |
|----|----|-----------------------|----------------------|
| 6 | 12 | 原料として | 基材グリースとして |
| 8 | 9 | 12.7 | 12.9 |
| 9 | 11 | 9.0 g | 90.0 g |
| 11 | 5 | カルシウムスル フォネート 1.0g | カルシウムスル フォネート 10g |
| 11 | 11 | 62.02 Z Z | 6202 Z Z |
| 12 | 7 | 62.022 RV | 62022 RU |
| 12 | 8 | 1800 g/g | 1800 g/g |

(以 上)